

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ Übersetzung der
europäischen Patentschrift

⑨7 EP 0746 570 B 1

⑩ DE 695 19 424 T 2

⑤1 Int. Cl.⁷:
C 08 B 3/06
C 08 H 5/04
B 27 K 5/00
B 27 N 1/00

②1 Deutsches Aktenzeichen:	695 19 424.0
②6 PCT-Aktenzeichen:	PCT/GB95/00371
②6 Europäisches Aktenzeichen:	95 909 032.5
②7 PCT-Veröffentlichungs-Nr.:	WO 95/23168
②6 PCT-Anmeldetag:	23. 2. 1995
②7 Veröffentlichungstag der PCT-Anmeldung:	31. 8. 1995
②7 Erstveröffentlichung durch das EPA:	11. 12. 1996
②7 Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA:	15. 11. 2000
④7 Veröffentlichungstag im Patentblatt:	23. 5. 2001

③0 Unionspriorität:
9403509 24. 02. 1994 GB

⑦3 Patentinhaber:
A-Cell Acetyl Cellulosics AB, Partille, SE

⑦4 Vertreter:
Lichti und Kollegen, 76227 Karlsruhe

⑧4 Benannte Vertragsstaaten:
BE, DE, DK, ES, GB, IT, NL, PT, SE

⑦2 Erfinder:
NELSON, Louise, Heien, Beverley, Humberside
HU17 7AR, GB; RICHARDS, Ian, David, Beverley,
Humberside HU17 8XD, GB

⑤4 ACETYLIERUNG VON LIGNOCELLULOSISCHEN MATERIALIEN

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

DE 695 19 424 T 2

DE 695 19 424 T 2

01.12.00

PATENTANWÄLTE

DIPL.-ING. HEINER LICHTI

DIPL.-PHYS. DR. RER. NAT. JOST LEMPERT

DIPL.-ING. HARTMUT LASCH

D-76207 KARLSRUHE (DURLACH)
POSTFACH 410760

TELEFON: (0721) 9432815 TELEFAX: (0721) 9432840

EP 95909032.5 / EP 0 746 570

18144.2/00 Lj/lz/ma
28. November 2000

A-Cell Acetyl Cellulosics AB

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung acetylierter lignocellulosehaltiger Materialien, indem das lignocellulosehaltige Material mit Essigsäureanhydrid behandelt wird.

Mit der Bezeichnung "lignocellulosehaltige Materialien" sind in diesem Zusammenhang Materialien beliebigen Zustands und beliebiger Form, z. B. Späne, Fasern, Häckselgut und Pflanzenreste gemeint, die aus einer Quelle gewonnen werden können, welche Holz, Sisal, Jute, Kokosnuß und/oder andere pflanzliche Materialien umfaßt, und die gegebenenfalls einer Vorbehandlung mit einer nicht acetylierenden Chemikalie, z. B. Natriumacetat, unterworfen worden sind, um die anschließende Acetylierung derselben zu verbessern; sie sind nachfolgend der Einfachheit halber mit "LM" bezeichnet.

Es ist bekannt, die physikalischen Eigenschaften von LM durch die Behandlung mit Essigsäure und/oder Essigsäureanhydrid, insbesondere mittels eines Immersionsverfahrens, zu verbessern.

- Die EP 0 213 252 A beschreibt ein auf dem Immersionsverfahren beruhendes Verfahren. Mittels dieses Verfahrens wird die Formbeständigkeit und die biologische Widerstandsfähigkeit lignocellulosehaltiger Materialien in mehreren Stufen verbessert. Nach Imprägnieren der festen LM durch Tauchen in ein Acetylierungsbad wird der Überschuß an Anhydrid abgeführt; anschließend findet die Reaktion in einer Reaktionskammer bei 80°C bis 150°C statt.
- 10 Ein anderes Verfahren zur Modifizierung von Holzmaterialien ist der Veröffentlichung WPI/Derwent 88-274240 [14] entnehmbar. Das bekannte Verfahren gemäß dieser Veröffentlichung umfaßt das Imprägnieren der Holzmaterialien mit Essigsäure und Essigsäuresalzen sowie das Tauchen der Holzmaterialien in einer heißen Flüssigkeit oder das Inkontaktbringen derselben mit einem heißen Gas. Während die heiße Flüssigkeit eine Acetylierungsreaktionslösung oder Essigsäureanhydrid ist, handelt es sich bei dem heißen Gas um Essigsäuredampf, ein Dampfgemisch aus aromatischen Kohlenwasserstoffen und Essigsäureanhydrid, Luft oder Inertgas. Der Anteil an Essigsäure in der Lösung beträgt zwischen 5 und 60 Mass.-%, der Anteil an Essigsäuresalz beträgt zwischen 5 und 60 Mass.-%. Essigsäuresalze sind bekannte Katalysatoren für die Acetylierungsreaktion von Holzmaterialien.
- Die US 3 720 881 A beschreibt ein weiteres auf dem Immersionsverfahren beruhendes Verfahren. Das bekannte Verfahren dient zur Herstellung von Artikeln aus acetylierter Regeneratcellulose, wobei die Artikel aus Regeneratcellulose bei 80°C bis 135°C in ein Acetylierungsbad getaucht werden und ein Katalysator eingesetzt wird. In der Druckschrift geht es ausschließlich um die Behandlung von Artikeln aus Cellulose, insbesondere Textilien aus Cellulose, und nicht um die Behandlung von Lignocellulose.

Der WO 94/09057 A ist ein Verfahren zur Modifizierung von lignocellulosehaltigen Materialien in einer Dampfphase entnehmbar, wobei in der Dampfphase Essigsäureanhydrid eingesetzt wird.

Die EP 0 554 818 A beschreibt die Reinigung von Polysacchariden. Die Druckschrift offenbart ein Verfahren zur Beseitigung von Verunreinigungen, wie Geruchsstoffen, aus Polysacchariden, wie Cellulosederivaten, mittels Dampfstrippen.

Eines der Probleme bei Systemen mit Immersionsverfahren besteht darin, daß sie in der Regel Chargen-Verfahren sind, die Entwässerungseinrichtungen für die Flüssigkeit erfordern, in welche die LM getaucht werden. Ein einstufiges Verfahren dieser Art gewährleistet weder eine Acetylierung des lignocellulosehaltigen Materials im gewünschten Ausmaß, noch die Beseitigung sämtlicher in dem behandelnden Produkt zurückbleibender, nicht umgesetzter Chemikalien.

Es wurde nun gefunden, daß den vorgenannten Problemen durch eine zweistufige Behandlung der LM, falls erwünscht in einem kontinuierlichen Verfahren, begegnet werden kann.

Demgemäß betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Acetylierung von lignocellulosehaltigen Materialien (LM), wobei

(a) die LM bei einer Temperatur zwischen 80°C und 140°C mit einem Essigsäureanhydrid als Hauptkomponente enthaltenen, auf eine Temperatur im Bereich von 80°C bis 140°C vorerhitzten Acetylierungsmittel in innigen Kontakt gebracht und

(b) die acetylierten LM aus Stufe (a) in einem Stripper bei einer Temperatur größer 140°C mit einem erhitzten, bei den Reaktionsbedingungen inerten Gas in Kontakt gebracht werden und der Essigsäure- oder Essigsäureanhy-

dridgehalt der in Stufe (a) erzeugten acetylierten LM durch Strippen auf unter 10 Mass.-% verringert wird.

- Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren enthält das in Stufe
- 5 (a) eingesetzte Acetylierungsmittel zweckmäßig wenigstens 50 Mass.-%, bevorzugt wenigstens 60 Mass.-% und höchst bevorzugt wenigstens 70 Mass.-%, typischerweise 90 Mass.-% Essigsäureanhydrid und 10 Mass.-% Essigsäure. Das Acetylierungsmittel kann in Form einer Flüssigkeit, eines Dampfes
- 10 oder eines Gemischs derselben vorliegen. Folglich kann das Massenverhältnis von Flüssigkeit zu Dampf in dem Acetylierungsmittel im Reaktor von Stufe (a) in einem beliebigen Bereich von 100% des einen bis 100% des anderen eingestellt werden, wobei es zweckmäßig zwischen 1:5 und 5:1 und vor-
- 15 zugsweise 1:2 eingestellt wird. Das in Stufe (a) eingesetzte Acetylierungsmittel wird vorzugsweise, z. B. mittels eines Ölheizmantels oder einer Dampfheizschlange, auf 110°C bis 130°C vorerhitzt.
- 20 Das LM wird in einem ersten Reaktor mit dem Acetylierungsmittel in Kontakt gebracht. Das LM wird zweckmäßig, z. B. durch Kompaktieren mittels beispielsweise eines Schneckenförderers, an der Aufgabestelle gasdicht in den Reaktor überführt, um den Eintrag von Luft in den Acetylierungs-
- 25 reaktor oder den Austrag von Essigsäureanhydrid aus diesem ersten Reaktor zu minimieren. Das Problem des Austrags von Essigsäureanhydrid kann dadurch minimiert werden, daß der erste Reaktor bei einem geringen Unterdruck gegenüber Umgebungsdruck betrieben wird, was ferner ein Sicherheitsmerk-
- 30 mal des Verfahrens darstellt. Das kompaktierte LM wird sodann in den ersten Reaktor, der zweckmäßig als Förderschnecke ausgebildet ist, eingebracht und gleichzeitig das heiße Acetylierungsmittel in den Reaktor eingetragen. Bei diesem Stufe wird das kompaktierte LM mittels einer an der
- 35 Aufgabestelle des ersten Reaktors angeordneten Dispergie-

reinrichtung aufgeschlossen (um die Stränge des LM aufzu-
lockern und dünner auszubreiten), was den innigen Kontakt
zwischen dem LM und dem Acetylierungsmittel begünstigt.

- 5 Das heiße Acetylierungsmittel wird zweckmäßig mit einer
solchen Rate in diesen Reaktor eingetragen, daß das Massen-
verhältnis von Acetylierungsmittel zu LM im Bereich von 1:1
bis 10:1, vorzugsweise 3.1 bis 7:1, beispielsweise bei 5:1
liegt. Während der exothermen Acetylierungsreaktion wird
10 die Reaktionstemperatur weitgehend konstant gehalten, was
durch verschiedene bekannte Mittel erreicht werden kann,
z. B. durch Steuern des Drucks im Reaktor, Verdampfen der
acetylierenden Chemikalien, Steuern des Durchsatzes beim
Eintrag des Acetylierungsmittels in den ersten Reaktor
15 durch Mengenregelventile und Überwachen des Durchflusses,
oder durch Steuern der Zusammensetzung des in den Reaktor
eingetragenen heißen Acetylierungsmittels. Bevorzugt wird
die Temperatur durch Anwendung eines Verdampfungsverfahrens
geregelt, bei welchem der aus dem ersten Reaktor austre-
20 tende Dampf sich an seinem Taupunkt befindet. Der am Tau-
punkt befindliche Dampf des Acetylierungsmittels kann einen
Gehalt von Essigsäureanhydrid im Bereich von 30 bis
95 Mass.-%, vorzugsweise 70 Mass.-%, aufweisen und kann zum
Entfernen der hierin suspendierten LM filtriert und re-
25 zykliert werden.

- Das in Stufe (a) gewonnene LM enthält eine einstellbare
Menge an Flüssigkeit, die bis zu 110 Mass.-% bezogen auf
das acetylierte LM betragen kann, aber bevorzugt etwa
30 40 Mass.-% beträgt. Der Flüssigkeitsgehalt des acetylierten
LM kann dadurch gesteuert werden, daß die Durchflußmenge
und/oder die Reaktionstemperatur geregelt wird.

- Um mit Stufe (b) fortzufahren, wird das in Stufe (a) gewon-
35 nene, etwa 40 Mass.-% Flüssigkeit enthaltende acetylierte

LM mittels eines Schneckenförderers, wie vorstehend beschrieben, wieder kompaktiert, um eine gasdichte Abdichtung des Strippers zu bewirken, und mittels einer der im ersten Reaktor eingesetzten Einrichtung entsprechenden Einrichtung dispergiert (um die Stränge des LM aufzulockern und dünn zu verteilen). Der gleiche Effekt kann jedoch auch z. B. mittels eines Drehschiebers erzielt werden. Das bei den Reaktionsbedingungen inerte Gas ist zweckmäßig Stickstoff, Argon, Kohlendioxid oder dergleichen, das erhitzt wird, bevor es an einer nach dem Dispergieren der acetylierten LM eingebracht wird, um das dispergierte acetylierte LM mitzunehmen und in den Stripper zu überführen. Das heiße Inertgas hat eine Temperatur größer 140°C, zweckmäßig zwischen 140°C und 220°C, vorzugsweise zwischen 185°C und 195°C; der zweite Reaktor wird zweckmäßig unter einem Druck von 100kPa bis 150kPa gehalten. In dem Stripper wird das acetylierte LM mit dem heißen Inertgas in Kontakt gebracht. Die Funktion der Stufe (b) ist die Verringerung des in dem in Stufe (a) gewonnenen LM verbleibenden Anteils an Acetylierungsmittel, z.B. durch Strippen. Folglich können die aus diesem Reaktor abgezogenen Dämpfe in das im ersten Reaktor eingesetzte heiße Acetylierungsmittel rückgeführt werden.

Die Reaktionszeit der Acetylierung des LM in Stufe (a) wird durch den gewünschten Acetylierungsgrad und die Beschaffenheit bzw. die Menge des in dem LM enthaltenen acetylierbaren Materials festgelegt. So wird der Acetylierungsgrad zweckmäßig derart eingestellt, daß die Massenzunahme des acetylierten LM wenigstens 2 Mass.-%, vorzugsweise wenigstens 5 Mass.-% und bevorzugt 5 bis 25 Mass.-% beträgt.

Das aus der ersten Stufe (b) gewonnene Produkt in Form des gestrippten acetylierten LM kann in einer Hydrolysekammer weiterbehandelt werden, um den Geruch der Chemikalien in dem behandelten LM zu beseitigen oder wenigstens zu mini-

mieren. Das gestrippte Produkt, welches in der Regel eine erhöhte Temperatur von etwa 130°C bis 160°C aufweist, kann beispielsweise dispergiert, um die Stränge des LM aufzulokern und fein zu verteilen, und von einem Dampfstrom mit gegebenenfalls ein oder mehr Trägergasen aufgenommen werden. Es wird vorzugsweise überhitzter Dampf verwendet und in diesem Fall nicht umgesetztes und in dem acetylierten LM adsorbiert oder eingeschlossen bleibendes Essigsäureanhydrid zu Essigsäure hydrolysiert und am Kopf aus der Hydrolysekammer als Mischung aus Dampf und Essigsäure entfernt. Dieses Dampfgemisch kann in den überhitzten Dampf rückgeführt werden, der in die Hydrolysekammer zugeführt wird. Diese Stufe hat die Wirkung, daß der Geruch der Essigsäure oder des Anhydrids des behandelten lignocellulosehaltigen Produktes entscheidend vermindert wird, indem im wesentlichen das gesamte Essigsäurehydrid und der größte Teil der darin enthaltenen Essigsäure entfernt wird. Der im acetylierten Produkt verbleibende Essigsäuregehalt beträgt zweckmäßig weniger als 0,5 Mass.-%.

Das acetylierte LM hat nach dem Entfernen des verbliebenen Anhydrids durch den Einsatz von überhitztem Dampf und Ausstromen aus der Hydrolysekammer in der Regel eine Temperatur von etwa 150°C. Das erhaltene Produkt kann entweder unmittelbar an eine anschließende Anlage übergeben werden, in der das Produkt in die gewünschte Form, z.B. Platten, gebracht werden kann, oder es kann einer weiteren Befeuchtungs- und Kühlstufe unterworfen werden, um das Material für die Lagerung und den Versand abzufüllen. Dies kann dadurch geschehen, daß ein aus Dampf und Luft bestehender Strom über die behandelten, aus der Hydrolysekammer ausgehenden LM geleitet wird, um die behandelten LM auf etwa 40°C abzukühlen und zu befeuchten.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist insbesondere zur Acetylierung von Fasern aus LM, insbesondere Holzfasern, geeignet, deren Abmessungen z.B. von 0,03 mm bis 4 mm betragen können. Überdies kann das erfindungsgemäße Verfahren char-
5 genweise oder kontinuierlich betrieben werden, was mit den bislang eingesetzten herkömmlichen Verfahren nicht möglich war.

Nachfolgend ist die Erfindung unter Bezugnahme auf die
10 Zeichnung, die ein schematisches Fließbild zeigt, näher erläutert.

Rohe, z.B. faserige LM werden über einen Trichter 1 auf einen Schneckenförderer 2 aufgegeben, wobei die Faser kompaktiert wird, um ihre Gasdurchlässigkeit zu verringern und
15 den Acetylierungsreaktor gasdicht abzudichten. Der Schneckenförderer 2 trägt die kompaktierte Faser in einen ersten Reaktor 3 aus, der mit Stickstoff gespült wird, bevor ein vorerhitztes Acetylierungsmittel eingeleitet wird, welches
20 aus einer Mischung aus Essigsäure (etwa 10 Mass.-%) und Essigsäureanhydrid (etwa 90 Mass.-%) besteht, die beide sowohl in flüssigem als auch in gasförmigem Zustand vorliegen und jeweils über Zuleitungen 4, 5 in den Reaktor 3 eingebracht werden. Die kompaktierte Faser wird mittels einer
25 (nicht dargestellten) an der Aufgabestelle des Reaktors 3 für das kompaktierte Material angeordneten Dispergiereinrichtung aufgeschlossen und mit dem Acetylierungsmittel in Kontakt gebracht. Um ein Rückströmen des Acetylierungsmittels in den Schneckenförderer 2 oder die Zuleitungen 4, 5
30 zu verhindern, wird der Reaktor 3 bei einem Druck betrieben, der geringfügig unter dem Atmosphärendruck liegt. Der Reaktor 3 wird mittels Dampfbeheizung auf einer Temperatur von etwa 120°C gehalten. Die Acetylierungsreaktion der Faser ist exotherm, wobei die Reaktionstemperatur durch Verdampfen der flüssigen Bestandteile des Acetylierungsmittels
35

konstant gehalten wird. Der am Taupunkt befindliche Chemikaliendampf enthält etwa 70 Mass.-% Essigsäureanhydrid und entweicht am Kopf des Reaktors und wird vor der Rückgewinnung und dem Rezyklieren filtriert. Der Flüssigkeitsgehalt der an der Basis des Reaktors 3 ausgebrachten acetylierten Faser wird auf etwa 40 Mass.-% eingestellt; die Faser wird in einem weiteren Schneckenförderer 6 erneut kompaktiert, sodann in einer Dispergiereinrichtung 7 wieder dispergiert und einer weiteren Behandlung mit dem Inertgas, z.B. auf etwa 190°C erhitztem Stickstoff, unterworfen. Die derart behandelte acetylierte Faser wird an der Unterseite der Dispergiereinrichtung in den erhitzten Gasstrom eingetragen und in einen als Umlaufstripper mit Dampfmantel ausgebildeten Stripper 8 überführt, wo die an der Faser adsorbierten und in die Faser eingeschlossen Chemikalien verdampft werden. Die Kopffraktion des Umlaufstrippers 8, in der die acetylierte Faser mitgeführt wird, wird auf einen Umlaufzyklon 9 aufgegeben, in dessen Ablauf die acetylierte heiße Faser abgeschieden und über eine (nicht gezeigte) Zellenradschleuse einer Leitung 10 zugeführt wird. In der Leitung 10 wird die acetylierte Faser in einer Mischung aus überhitztem Dampf und Essigsäure im Dampfzustand (aus rezyklierten Teilströmen) dispergiert und mitgeführt und in einen Dampfstripper 11 aufgegeben. Im Dampfstripper 11 wird das gesamte in der acetylierten Faser zurückgebliebene Essigsäureanhydrid zu Essigsäure hydrolysiert und die Essigsäure abgestrippt. Die Kopffraktion des Dampfstrippers 11, die eine Temperatur von etwa 150°C aufweist, wird auf einen Dampfstripper-Zyklon 12 aufgegeben, wo die acetylierte Faser von den Dämpfen getrennt wird, wobei die Faser am Boden und die Säuredämpfe am Kopf abgeschieden werden, um sie zu behandeln und zu rezyklieren. Die am Boden des Zyklons 12 abgeschiedene acetylierte Faser, welche im wesentlichen frei von Säuren und Anhydriden (und folglich frei von deren Gerüchen) ist, kann entweder unmittelbar einer anschließen-

den Einrichtung (nicht gezeigt) zur Verarbeitung zu Platten übergeben oder zur (nicht gezeigten) Lagerung und zum Versand befeuchtet und abgekühlt werden.

- 5 Nachstehend ist die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Ausführungsbeispiel:

- 10 Eine Mischung aus Fasern von Fichte und Tanne (1,5 g) wird 10min mittels eines gesättigten Essigsäureanhydrid dampfstroms (welcher 5 Mass.-% Essigsäure enthält) am Taupunkt bei Umgebungsdruck acetyliert. Der auf diese Weise erhaltene Gesamtacetylgehalt beträgt 15,5%, während die in der
- 15 acetylierte Faser zurückbleibende Restsäure gemäß der nachstehenden Definition 74,6 Mass.-% beträgt. Wie aus den nachfolgenden Tabellen ersichtlich, wird die acetylierte Faser anschließend mittels variierender Stickstoffströme gestrippt. Der in der Faser verbleibende Gehalt an Acety-
- 20 lierungsmittel ist in verschiedenen Stadien während des Strippens als Säure dargestellt (die eingesetzte Meßmethode beruht auf Wasser, weshalb das gesamte Anhydrid zu Essigsäure hydrolysiert wurde). Die Ergebnisse sind in den nachfolgenden Tabellen 1 und 2 veranschaulicht:

01.12.00

$$\text{Restsäure [\%]} = \frac{\text{Masse der mittels Titration bestimmten Säure} \times 100}{\text{Masse (Säure + Faser)}}$$

5

Tabelle 1

N₂-Strom = 2,4 l/min durch 1,5 g acetylierte Faser bei 190°C

Strippzeit [min]	Restsäure [%]
0	74,6
1	64,6
3	10,7
5	2,9
10	0,3

10

Tabelle 2

N₂-Strom = 5,4 l/min durch 1,5 g acetylierte Faser bei 190°C

Strippzeit [min]	Restsäure [%]
0	74,6
1	48,1
2	17,2
3	5,7
5	0,6

15

01.12.00

PATENTANWÄLTE

DIPL.-ING. HEINER LICHTI

DIPL.-PHYS. DR. RER. NAT. JOST LEMPERT

DIPL.-ING. HARTMUT LASCH

D-76207 KARLSRUHE (DURLACH)
POSTFACH 410760

TELEFON: (0721) 9432815 TELEFAX: (0721) 9432840

EP 95909032.5 / EP 0 746 570

18144.2/00 Lj/lz/ma

28. November 2000

A-Cell Acetyl Cellulosics AB

Patentansprüche

1. Verfahren zur Acetylierung von lignocellulosehaltigen Materialien (LM), wobei
 - 5 (a) das lignocellulosehaltige Material bei einer Temperatur zwischen 80°C und 140°C mit einem Essigsäureanhydrid als Hauptkomponente enthaltenden, auf eine Temperatur im Bereich von 80°C bis 140°C vorerhitzten Acetylierungsmittel in innigen Kontakt gebracht und
 - 10 (b) das acetylierte lignocellulosehaltige Material aus Stufe (a) in einem Stripper bei einer Temperatur größer 140°C mit einem erhitzten, bei den Reaktionsbedingungen inerten Gas in Kontakt gebracht und der Essigsäure- oder Essigsäureanhydridgehalt
 - 15 des in Stufe (a) erzeugten acetylierten lignocellulosehaltigen Materials durch Strippen auf unter 10 Mass.-% verringert wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei in Stufe (a) ein Acetylierungsmittel eingesetzt wird, welches wenigstens
 - 20 20 Mass.-% Essigsäureanhydrid enthält.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei in Stufe (a) ein Acetylierungsmittel eingesetzt wird, welches

90 Mass.-% Essigsäureanhydrid und 10 Mass.-% Essigsäure enthält.

4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei
5 das Acetylierungsmittel in Form einer Flüssigkeit, eines Dampfes oder eines Gemischs derselben eingesetzt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 3 oder 4, wobei das Massenver-
10 hältnis von Flüssigkeit zu Dampf in dem Acetylierungsmittel im Reaktor von Stufe (a) zwischen 1:5 und 5:1 eingestellt wird.
6. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei
15 der in Stufe (a) eingesetzte Reaktor während der Acetylierungsreaktion unterhalb des Umgebungsdrucks gehalten wird.
7. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei
20 eine Zuführrate des heißen Acetylierungsmittels in den Reaktor in Stufe (a) so eingestellt wird, daß das Massenverhältnis von Acetylierungsmittel zu lignocellulosehaltigem Material im Bereich von 1:1 bis 10:1 liegt.
- 25 8. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei das acetylierte LM aus Stufe (a) eine kontrollierte Flüssigkeitsmenge von bis zu 110 Mass.-% bezogen auf das acetylierte LM enthält.
- 30 9. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei das acetylierte LM aus Stufe (a) mittels des erhitzten, bei den Reaktionsbedingungen inerten Gases in den Stripper zur Durchführung von Stufe (b) überführt wird.

10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei das inerte Gas Stickstoff, Argon und/oder Kohlendioxid enthält und mit einer Temperatur größer 140°C eingesetzt wird.

5

11. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei der erhaltene Acetylierungsgrad zu einer Massenzunahme des acetylierten LM um wenigstens 2% führt.

10 12. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei das gestrippte, acetylierte LM aus Stufe (b) in einer Hydrolysekammer weiterbehandelt wird, indem es mit einem Wasserdampf enthaltenden heißen Gas in Kontakt gebracht wird, um nicht umgesetztes, an dem acetylierten LM adsorbiert oder eingeschlossen bleibendes Essigsäureanhydrid zu Essigsäure zu hydrolysieren und am Kopf in Form eines Gemischs aus Wasserdampf und Essigsäure aus der Hydrolysekammer zu entfernen, so daß das acetylierte Produkt weniger als 0,5 Mass.-% Essigsäure enthält.

15

20

1/1 01.12.00

EP 95909032.5 / EP 0 746 570

A-Cell Acetyl Cellulosics AB

